

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE  
SCIENTIFIQUE  
UNIVERSITÉ SAAD DAHLEB – BLIDA 1



FACULTE DES SCIENCES DE LA NATURE ET  
DE LA VIE

DEPARTEMENT DE BIOTECHNOLOGIE ET  
AGRO-ÉCOLOGIE



Mémoire de fin d'études en vue de l'obtention du Master académique en  
Phytopharmacie et Protection des Végétaux

Thème

Evaluation de l'activité biocide de l'huile essentielle de *Pinus  
pinea*.

Présenté par

Melle SAIL ACHOUAK et Mme  
HATTABI MERIEM

Devant le Jury :

Mme. Ayadi R.	MCA	U. Blida 1	Présidente
Mme. Amara N.	MCA	U. Blida 1	Examinatrice
Mr. DJAZOULIZ. E.	Pr.	U. Blida 1	Promoteur
Mr. Belhamra Y.	Doctorant	U. Blida 1	Co-promoteur

Année Universitaire 2021-2022



# Evaluation de l'activité biocide de l'huile essentielle de *Pinus pinea*.

## RESUME :

Les huiles essentielles jouent désormais un rôle important dans les systèmes de lutte contre les ravageurs, offrant une alternative aux contrôles chimiques pour protéger les produits stockés.

Cette étude a consisté à évaluer l'effet d'une formulation insecticide solide à base d'huile essentielle des cônes de pin pignon, avec trois doses de D1 (formulation 1 g / farine 20 g), D2 (3g). et D3 (4g) , en proportions égales sur *Tribolium castaneum* adultes.

Les résultats montrent que cette formulation présente une toxicité globale vis-à-vis de *Tribolium castaneum*.

Cette toxicité varie selon la dose, l'application et le temps d'exposition. Une formulation solide à base de pignons de pin s'est avérée plus toxique et très efficace car elle a réduit la mortalité élevée à la dose de D3 après 24 heures.

## Mots clé :

Produits stockés, formulation solide, huile essentielle, *Tribolium Castaneum*, cônes du pin pignon, synergie.

# **Evaluation of the biocidal activity of essential oils of Pinus Sp.**

## **ABSTRACT:**

Essential oils now play an important role in pest control systems, providing an alternative to chemical controls to protect stored produce.

This study consisted in evaluating the effect of a solid insecticide formulation based on the essential oil of pinion pine cones, with three doses of D1

( formulation 1g / fleur 20g), D2 (3g) and D3 (4g), in equal proportions on mature *Tribolium Castaneum* .

The results show that this formulation exhibits overall toxicity towards *Tribolium Castaneum*.

This toxicity varies according to dose, application and exposure time. A solid formulation based on pine nuts was found to be more toxic and highly effective as it reduced high D3-dose mortality after 24 hours.

## **Keywords:**

Stocked products, solid formulation, essential oil, *Tribolium Castaneum*, pinion pine cones, synergy.

## تقييم نشاط المبيدات الحيوية للزيوت الأساسية من مخاريط الصنوبر

### *Pinus Pinea*

#### تلخيص:

تلعب الزيوت الأساسية الآن دورا مهما في أنظمة مكافحة الآفات حيث توفر بديلا للظوابط الكيميائية لحماية المنتجات المخزنة.

تكونت هذه الدراسة في تقييم تأثير مبيد حشري صلب يعتمد على الزيت العطري لمخاريط الصنوبر، بثلاث جرعات من D1 (الصيغة 1 جم / دقيق 20 جم) ، 3 D2 (جم). و D (جم 4)

بنسب متساوية على تريبيومكاستنيوم الناضج .

أظهرت النتائج أن. هذه التركيبة تظهر سمية شاملة تجاه تريبيومكاستنيوم.

تختلف هذه السمية حسب الجرعة والتطبيق ووقت التعرض . تم العثور على تركيبة صلبة تعتمد على الصنوبر لتكون اكثر سمية وذات فعالية عالية حيث تقلل معدل الوفيات من جرعات D3 بعد 24 ساعة.

#### الكلمات الدالة:

المنتجاتالمخزنة ، التركيبات الصلبة، الزيوت الأساسية، تريبيومكاستنيوم ، مخاريط الصنوبر الترس ، التازر

## *Remerciements*

*\*Avant tout, nous remercions le bon dieu qui a guidé notre chemin et nous a donné la patience et le courage de mener à bien ce travail.*

*\* Nous désirons exprimer notre profond remerciement et vive reconnaissance à notre encadreur Pr. Mr Djazouli zahr eddine de saad dahleb blida 1 pour avoir encadré et dirigé ce travail avec une grande rigoureuse scientifique, sa disponibilité, ses précieux conseils, la confiance qu'elle nous a accordé et pour son suivi régulier à l'élaboration de ce travail.*

*\*Notre Co-promoteur, Mr Belhamra Youcef islam pour ses conseils et ses orientations.*

*\*Les membres du jury : Mme Ayadi radia de présider le jury, Mme Amara Nacira pour accepter d'examiner notre travail.*

*\* Nos vifs remerciements à vous les techniciennes de laboratoire.*

*\*Nos vifs remerciements vont à nos très chers parents pour leur aide, patience, soutien moral et encouragement.*

## ***DEDICACES***

### *Je dédie ce mémoire*

*-Tout d'abord je tiens à remercier **ALLAH** le tout puissant de m'avoir donné la santé, la volonté, le courage et la patience pour pourvoir réaliser ce travail de recherche.*

*-A mes Chères parents mes premiers supporteurs et ma plus grande force : \*ma chère mère est la prunelle de mes yeux Amar Cherif Fatima Zahra, dont le soutien, l'optimisme et la confiance qu'elle me témoigne m'ont portée tout au long de mes études, qui a pour moi une importance toute particulière...*

*\* mon cher père Abd el Kader pour le soutien morale et l'aide précieuse jusqu'au la fin de ce travail Tout et ce que j'espère, c'est que vous soyez fiers de moi aujourd'hui...*

*-A mes frères : Abd Errahmane et Mohamed et son fils Amir et toute ma famille ...*

*-A mon cher Mari AYOUB pour son amour, son soutien financier et moral pour mener à bien ce travail ...*

*-A ma deuxième famille, en particulier ma belle-mère, pour m'avoir défendu et pour son soutien moral....*

*-Et aussi à ma fille et au bel ange dans mon ventre qui a partagé avec moi chaque détail de ma thèse du début à la fin et qui m'a donné la force d'avancer chaque jour...*

*- A mon binôme Achouak pour sa patience avec moi et sa famille*

*- À tous, je présente mes sincères remerciements et ma profonde gratitude.*

*Meriem.*



## ***DEDICACES***

*-Je tiens tout d'abord à remercier Allah le tout puissant de m'avoir donné santé, la force et le courage afin d'achever ce travail.*

*-A la source de la tendresse, ma chère mère Nassima pour sa gentillesse, sa douceur, pour son affection, pour les sacrifices qu'elle a faits, pour mon éducation et la confiance et l'amour qu'elle m'a toujours accordés.*

*-A mon cher père, que dieu lui fasse miséricorde.*

*-A mes sœurs : Takoua et Nour el Yakine.*

*-A mon frère : chawki.*

*-A mon grand-père : Mhamed.*

*-A mes chère tantes et oncles : Ftiha, Fouzia, Aïcha, yazid, Rachid, Mourad.*

*-A mes copines : Fatima, Wissal, Meriem, Nour , Hadil, Djamila, Wiaam.*

*-A me cousin: Walid, Imad, Saif eddine, Mohamed Amine.*

*-A mon très cher binôme : Meriem et sa famille.*

*-A tous mes amis : Khadidja, Nessrin, Amina, Ayoub, Abd el fettah.*

*Achouak*

## Liste des abréviations

**H.E** : huile essentielle.

**T** : Tribolium.

**H** : Humidité.

**C°** : Degrés Celsius.

**%** : Pourcentage.

**D.S** : Denrées stockées.

**D** : Dose.

**R** : Répétition.

**h** : heure.

**g** : gramme

**FS** : Formulation solide.

## Liste des tableaux

<b>Tableau 1</b> :Position systématique du <i>Pinus pinea</i> L .....	3
<b>Tableau 2</b> : position systématique du <i>Tribolium castaneum</i> .....	17

## Liste des figures

<b>Figure 1</b> : <i>Pinus Pinea</i> (plante originale) .....	4
<b>Figure 2</b> : différents organes d pin pignon, A : les aiguilles, B : le tronc, .....	6
<b>Figure 3</b> :Aire de répartition géographique du <i>Pinus.P</i> dans le monde (Fady, 2014 ; Draouet, 2015 ).....	7
<b>Figure 4</b> :Répartition des plantations de pin pignon par wilaya en Algérie (Dgfifn, 2008 in. Draouet, 2015). .....	8
<b>Figure 5</b> :structure chimique de quelques composés des huiles essentielles (Bakkali et al., 2008).....	13
<b>Figure 6</b> :Dispositif de l'expression à froid (CHENNI, 2016).....	14
<b>Figure 7</b> :Dispositif d'entraînement à la vapeur d'eau (CHENNI, 2016).....	15
<b>Figure 8</b> :Appareillage utilisé pour l'hydrodistillation de l'huile (Hernandez Ochoa,2005).....	16
<b>Figure 9</b> :Différents états de développement du <i>Tribolium confusum</i> (Duval , 1968) A : œuf (Robecca et al, 2003) ; B : larve ; C : nymphe ; D : adulte (Walter,2002).....	19
<b>Figure 10</b> :Dégâts du <i>Tribolium confusum</i> sur la farine commercial (Anonyme, 2010). .....	20
<b>Figure 11</b> :Dispositif expérimental .....	24
<b>Figure 12</b> : Variation temporelle de la mortalité observée sous l'effet des différentes doses du bioproduit à base de l'huile essentielle du pin pignon ..	27
<b>Figure 13</b> : Variation temporelle de la mortalité corrigée sous l'effet des différentes doses du bioproduit à base de l'huile essentielle du pin pignon ..	28
<b>Figure 14</b> : Effet comparé de la mortalité corrigée sous l'effet des différentes doses du bioproduit à base de l'huile essentielle du pin pignon.....	29
<b>Figure 15</b> :Variation temporelle des populations résiduelles sous l'effet des différentes doses du bioproduit à base de l'huile essentielle du pin pignon ..	31

# **SOMMAIRE :**

<b>Remerciements</b> .....	<b>6</b>
<b>Chapitre I : partie bibliographique</b> .....	<b>3</b>
<b>1 Généralité sur le pinus pinea:</b> .....	<b>3</b>
1.1 Taxonomie :.....	4
1.2 Noms vernaculaires :.....	5
1.3 Description botanique : .....	5
1.4 Répartition géographique du pin pignon : .....	6
1.4.1 Répartition Dans le monde : .....	6
1.4.2 Répartition en Algérie .....	7
1.5 Statut commerciale du pignon du pin : .....	8
1.6 Importance économique du pignon de pin : .....	8
1.7 Différences préparations de pignon : .....	9
1.8 Utilisations usages : .....	10
<b>2. Généralités sur les huiles essentielles</b> .....	<b>10</b>
2.1 Définition : .....	11
2.2 localisation des huiles essentielles .....	11
2.3 Rôle des huiles essentielles : .....	12
2.4 Propriétés physico-chimiques des huiles essentielles :.....	12
2.5 Compositions chimiques des huiles essentielles : .....	12
2.6 Méthodes d'extraction des huiles essentielles.....	13
2.6.1 Extraction par solvant :.....	14
2.6.2 Extraction par pression à froid des huiles essentielles : .....	14
2.6.3 Entraînement à la vapeur d'eau :.....	15
2.6.4 Hydrodistillation : .....	16
2.7 UTILISATION DES HUILES ESSENTIELLES.....	17
<b>3 Présentation de l'insecte Tribolium castaneum</b> .....	<b>17</b>
3.1 Position sy stématique :.....	17
3.2 Description : .....	17
3.3 Biologie du développement : .....	18
<b>CHAPITRE2 : Matériel et Méthodes</b> .....	<b>21</b>

3.1. Mode expérimental .....	22
3.2. Dispositif expérimental .....	23
<b>4. Estimation du taux de mortalité de <i>Tribolium castaneum</i> .....</b>	<b>24</b>
<b>5. Estimation de la mortalité corrigée .....</b>	<b>24</b>
<b>6. Evaluation des populations résiduelles .....</b>	<b>25</b>
<b>7. Analyse statistique des résultats .....</b>	<b>25</b>
<b>Chapitre 3 : Résultats .....</b>	<b>26</b>
<b>2. Estimation de la mortalité corrigée .....</b>	<b>28</b>
<b>3. Estimation de la toxicité du bioproduit .....</b>	<b>30</b>
<b>Conclusion générale .....</b>	<b>35</b>
<b>Références bibliographiques .....</b>	<b>29</b>

## *Introduction générale*

---

Dans les dernières années, de nombreuses substances actives de synthèse ont été retirées. Ces derniers ont laissé la place à de nouvelles molécules de source naturelle et d'intérêt utilisables dans le domaine de la protection des cultures. Donc asque nous pouvons utiliser et compter sur ces molécules naturelles comme base de lutte biologique au lieu d'une lutte chimique ?

La substitution des matières actives de synthèses par des principes actifs, vient dans le cadre de la préservation des équilibres naturels et la protection de la santé du consommateur. Parmi ceux-ci, on peut citer l'utilisation de biopesticides, notamment des huiles, On en trouve de deux sortes : Les huiles végétales (Plantes médicinales et aromatiques): les huiles de colza, de ricin ou de neem . Possèdent des propriétés insecticides et antifongiques. Elles éliminent facilement les pucerons par exemple.

Dans le but d'évaluation de l'intérêt pour les huiles essentielles dans la protection des cultures et aussi pour minimiser le risque d'utilisation des produits chimiques sur l'homme et l'environnement, nous avons essayé de valoriser les cônes de pin pignon à travers l'extraction des huiles essentielles. L'efficacité de ces derniers de cônes de pin pignon a été optimisé par le développement d'une formulation solide destinée contre les adultes d'un ravageur des denrées stockées en l'occurrence *Tribolium castaneum*.

Dans ce contexte, notre étude actuelle est une contribution pratique au domaine de la phytopharmacologie privée. Car on a fait une nouvelle expérience sur un organe d'une plante qui n'a pas travailler sur lui avant c'est les cônes de pin pignon.

Dans le premier chapitre on a fait présentation et une description de notre plante utilisée (*Pinus Pinea*), ensuite des connaissances générales sur les huiles essentielles et finalement une présentation de l'insecte étudiée (*Tribolium castaneum*).

Le deuxième chapitre est consacré au matériel d'étude ainsi que la méthode d'application du bioproduit formulé.

Dans le troisième chapitre, nous exposons les résultats et les hypothèses expliquant la toxicité en fonction des doses et du temps d'exposition au bioproduit formulé.

# *Chapitre I : partie bibliographique*

---

## **1 Généralité sur le *pinus pinea*:**

Le pin parasol (*Pinus pinea* L.) est une des espèces caractéristiques de la flore méditerranéenne. Il a une longue histoire d'utilisation en raison de son importance économique, principalement associée à la production de bois et de pignons (Moussouris et Rigato, 1990 ; Calama et al. 2003).

C'est une espèce plastique tolérante à la sécheresse et au froid adaptée aux conditions climatiques de la Méditerranée, préférant les hautes altitudes et prospère même dans les dunes côtières. Bensaid et al.,(1998) rapportent que l'espèce ne pose pas de problèmes phytosanitaires sérieux et que la productivité peut atteindre jusqu'à 10 m<sup>3</sup>/ha/an dans les endroits les plus favorables en sol profond (Derouiche , 1981).

Le pin pignon a été introduit en Afrique du Nord il y a longtemps. En Algérie a été planté de pins de 1935 à 1974. On trouve aujourd'hui de très belles pinèdes des années 1970, notamment à Oran (plantations Macta), Schlef (Abou el Hassen) et Alger (Buchaoui) Boisement, mixte (Leutreuch-Belarouci, 1991) D'autres boisements ont lieu dans les zones côtières l'Est du pays sous forme de petits massifs à proximité des habitations (Karaali, 2011).

Selon Francini (1958), *P. pinea* est une espèce d'origine eurasienne qui a évolué au Tertiaire dans un climat tempéré humide( Fig.1).





**Figure 1: Pinus Pinea (plante originale)**

### 1.1 Taxonomie :

Le pin pignon ou pin parasol (*Pinus pinea L.*) appartient à la famille pinaceae (sous-famille Pinodae). Debazac (1977) a divisé le genre Pinus en deux sous-genres, le genre Strobilus et le genre Pinus. Le sous-genre Pinea est divisé en six sections, dont une ne contenant que la section pinea (*Pinus pinea L.*).

La position taxonomique de pin pignon selon Gaussen (1982) et Ozenda (1991) est collégé de le tableau 1 .

**Tableau1** :Position systématique du *pinuspinea.L.*

Embranchement	Spermatophytes
Sous embranchement	Gymnospermes
Classe	Coniféropsidae
Ordre	Coniférales
Famille	Pinaceae
Genre	Pinus
Espèce	<i>Pinea.L</i>

## 1.2 Noms vernaculaires :

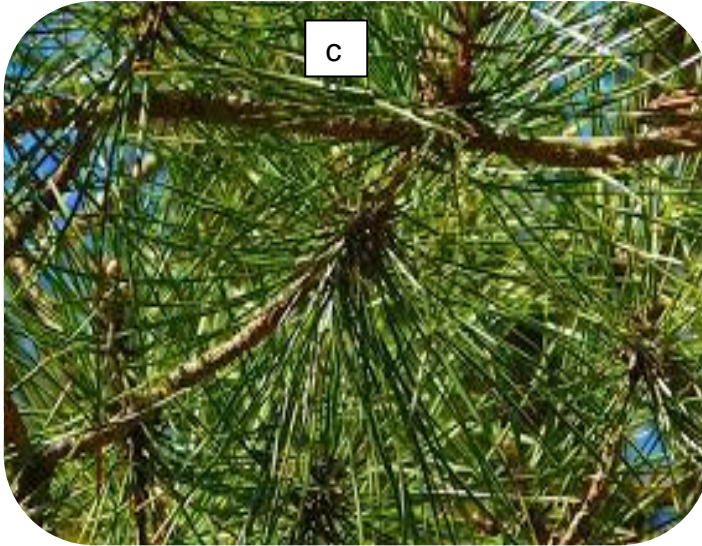
*Pinus pinea* Linné, pinier ou Pinède, (Charrier, 2004) en Français, Pin parasol, Pin pignon, nommé par les anglophones, Stone pine, ou Umbrella pine (Fady, 2005).

## 1.3 Description botanique :

Les pins peuvent atteindre 15-25 m de hauteur, cônes de 8-15 cm de long, 7-10 cm de large, sphériques, brun brillant, graines de 1,5-2 cm, dures Il y a des coquilles, des aiguilles sont entre les deux. Ils mesurent 8 cm de long et 20 cm de haut, sont reliés par deux ou trois, souples, torsadés et ont des bords dentelés (Kadri, 2014).

Il vit 200 à 250 ans, mais certains auteurs ont signalé des spécimens de plus de 400 ans, aux bourgeons cylindriques, pointus, aux écailles rejetées, dioïques brun clair. L'arbre forme des inflorescences cylindriques. La floraison a lieu de mai à juin (Adili, 2012), et la fructification a lieu au troisième automne après la floraison (Charrier, 2004).





**Figure 2:**différents organes d pin pignon, : a : le tronc,  
b : cône mur,c : les aiguilles (Paquereau, 2016)

## **1.4 Répartition géographique du pin pignon :**

### **1.4.1 Répartition Dans le monde :**

La distribution de *Pinus pinea* couvre la région Nord de la Méditerranée, de la péninsule ibérique à travers l'Anatolie jusqu'à la côte Sud de la mer Noire. Cette essence a fait l'objet de plantations très anciennes pour produire ses graines comestibles. En France, on le trouve principalement dans les plaines côtières et les contreforts méditerranéens, généralement à moins de 50 km des côtes et à moins de 600 m d'altitude. La superficie totale du pin pignon dans le monde est de 600 000 hectares (75 % en Espagne, 9 % au Portugal, 8 % en Turquie, 7 % en Italie, 0,5 % au Maroc, le reste en Grèce, au Liban, en Tunisie et France). (Kyomiya, 1985)(Fig.3).

Le pin pignon n'est pas originaire de toute l'Afrique du Nord. Cependant, compte tenu de la répartition en Méditerranée occidentale et de la présence de toutes les autres espèces euro-ibériques à Berbères, cette absence ne s'explique pas facilement. Bien que le pin pignon ait été introduit en Afrique du Nord relativement

récemment, certains auteurs n'écartent pas l'hypothèse qu'il ait existé dans le passé à l'état spontané. (Lehout, 2008).



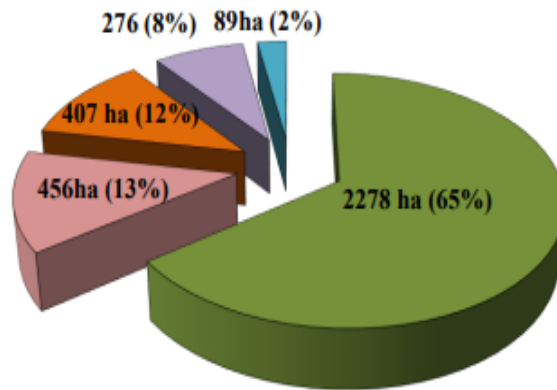
■ pin pignon.      ■ les pays.

**Figure3 :Aire de répartition géographique du Pinus.P dans le monde (Fady, 2014 ; Draouet, 2015 )**

#### **1.4.2 Répartition en Algérie**

En Algérie, il pousse bien sur les dunes littorales de Mostaganem à Bourahma, Bouachira, Khadra. Il constitue une magnifique pineraie à Ouled Baroudi (Loullou, 1987).On le trouve aussi à Relizane, La Mactaa (Oran), ElKala, Djebel Ouache, Draa Nagah(Constantine), Bainem, Bouchaoui, Mèrja, Mezloug (Sétif) Berrahal et à Zeralda (Zandouche, 2001 Inlehout 2008).citer par (Loullou, 1987)(Fig.4).

■ Constantine ■ Bouira ■ Mostaganem ■ Annaba ■ Média



**Figure 4 :Répartition des plantations de pin pignon par wilaya en Algérie (Dgfi, 2008 in. Draouet, 2015).**

### **1.5 Statut commerciale du pignon du pin :**

La graine de pin pignon a une valeur commerciale qui peut valoir la production ligneuse. La production marocaine en graine est de l'ordre de 8 ; tonnes le prix est compris entre 30 et 70 drh/Kg en fonction de l'année et de l'importance de la fructification le rendement moyen est de 15 kg/ha/an de cône soit 3 kg d'amande /ha/an. Les plantations de production fruitière peuvent être faites dans les stations moins fertiles.

Le commerce des pignes n'est pas encore organisé, la production de graines est estimée à 500kg/ha ; chaque cône porte environ 50 graines et 100kg de cônes donne en moyenne 20 kg de graines. La quasi-totalité de la production marocaine estimée en moyenne à 70 tonnes /an est exporté en Espagne.

### **1.6 Importance économique du pignon de pin :**

En 2011, le prix sur le marché international était d'environ 25 € par kg pignons de pin. Ces dernières années, les fabricants de cônes Signalent la présence d'un pourcentage anormalement élevé de cônes sec, ce qui réduit considérablement le

rendement en cônes. L'industrie de la transformation a également constaté d'importants Le rendement en graines de cône diminue Essentiellement produit dans les pays méditerranéens, à savoir le Portugal, Espagne, Italie et Turquie (beaucoup de graines existent vide) Cela conduit à une pénurie de pignons de pin sur le marché mondial, Par conséquent, le prix de ce produit augmente, Graines décortiquées « Pignons ou Noix » de 25 € à 45 € /kg et se vend maintenant à plus de 100 € /kg.

Depuis 2012, les prix ont bondi de 10 % par an. Les pignons de pin parasol sont l'un des fruits à coque les plus chers au monde.

L'amande de pin pignon est une des noix les plus chères au monde, c'est pourquoi on la surnomme le « caviar des forêts » (SCHRÖDER & al., 2014)

Les plus grands pays importateurs en 2011 étaient les Etats-Unis, la Chine, l'Allemagne et l'Italie.

## 1.7 Différences préparations de pignon :

Le pin pignon peut être utilisé en différentes formes pour se soigner, dont les modes les plus utilisés sont :

- **Décoction** : se pratique en faisant bouillir la plante de 3 à 20 minutes. Elle est utilisée pour les parties les plus dures des plantes : racines, écorces, feuilles dures, graines, fruits secs.
- **Infusion** : mise en contact de la plante avec de l'eau bouillante pendant plusieurs minutes. Elle se pratique pour les feuilles, les fleurs, les petites graines.
  - **Macération** : action de faire tremper la plante dans de l'eau, de l'alcool, du ou de l'huile pendant plus ou moins longtemps.
  - **Cataplasmes** : préparation de plante en pâte pouvant être appliquée sur la peau dans un but thérapeutique. On peut également utiliser des bandes ou des compresses imbibées de préparation à base de plantes sur la peau.
  - **Huile essentielle** : liquide concentré et hydrophobe des composés aromatiques (odoriférants) volatils d'une plante. Il est obtenu par distillation ou extraction chimique par solvants (eau, alcool...).

## 1.8 Utilisations usages :

Le pin pignon est généralement planté pour 02 objectifs :

- 1- Reboisement de protection :** Il joue un rôle extrêmement important dans la lutte contre l'érosion dans les régions montagneuses et dans la fixation des dunes littorales grâce à son système racinaire généralement très bien développé (Sbay, 2006)
- 2- Production ligneuse :** Dans les stations fertiles le pin pignon peut produire jusqu'à 75 m<sup>3</sup>/h/an. Les reboisements de production ligneuse doivent se limiter aux zones bioclimatiques humides et subhumides sur terrains fertiles (Sbay, 2006).

Sur le plan production ligneuse, il est comparable aux espèces de pins les plus connus. Les résultats obtenus par Abdallah 1999 in Khouja 2006 à partir des essais de comparaison d'espèces installées en Tunisie, ont révèlent des productions intéressantes de l'ordre de 7.4m<sup>3</sup>/h/an et de 8 m<sup>3</sup>/h /an respectivement sous bioclimat humide et subhumide concurrençant nettement celles obtenues par d'autres espèces reconnues très productives telles que le pin ardaï ou le pin maritime.

### 3- Autres usages :

En plus du bois, le pin pignon peut produire de la résine, de tannin (à partir de son écorce), et une huile que l'on extrait des pignes. La résine blanche ou jaunâtre est utilisée en parfumerie cité in ( Slimani, 2018).

## 2 . Généralités sur les huiles essentielles

Les huiles essentielles, aussi appelées essences, sont des mélanges de substances aromatiques produites par de nombreuses plantes et présentes sous forme de minuscules gouttelettes dans les feuilles, la peau des fruits, la résine, les branches et les bois. Elles sont présentes en petite quantités par rapport à la masse du végétale.

Ce sont des substances odorantes et très volatiles, c'est-à-dire qu'elles s'évaporent rapidement dans l'air (BEKHECHI et ABDELOUAHID, 2014). Selon AFNOR (2000) une huile essentielle est un produit obtenu à partir d'une matière végétale définie Botaniquement, après séparation de la phase aqueuse par des procédés physiques :

Soit par un entraînement à la vapeur d'eau, soit par un procédé mécanique à partir de l'épicarpe pour les citrus, soit par distillation sèche.

## **2.1 Définition :**

On constate de nos jours une augmentation significative de l'utilisation des huiles essentielles dans le domaine de l'aromathérapie (Franchomme et al, 1990).

Il s'agit d'un extrait pur et naturel provenant de plantes aromatiques (Roulier, 1990 ; Wegrzyn, 2005). Les huiles essentielles sont des substances odorantes, volatiles, de consistance huileuse, très concentrées, offrant une forte concentration en principes actifs (Lardy et Haberkom, 2007).

Les applications des huiles essentielles dans la vie courante touchent divers domaines en particulier, la cosmétologie, parfumerie et l'industrie agro-alimentaire.

## **2.2 Localisation des huiles essentielles**

Les huiles essentielles sont largement répandues dans les plantes avec des familles à haute teneur en matières odorantes comme les conifères, les myrtacées, les ombellifères, les labiacées, les rutacées, et les géraniacées.

La synthèse et l'accumulation de ces huiles essentielles sont généralement associées à la présence de structures histologiques spécialisées. Ces essences se localisent dans toutes les parties vivantes de la plante, dans une même plante, elles peuvent exister à la fois dans différents organes, où la composition chimique peut varier d'un organe à un autre (Bruneton, 1999). Ces essences aromatiques sont élaborées par des glandes sécrétrices qui se trouvent sur presque toutes les



partie de la plante fleurs, feuilles, écorces, bois, racines, rhizomes, fruits et graines.

On distingue des cellules à huiles essentielles chez les lauracées, des poils sécréteurs chez les lamiacées et les labiées, des poches sécrétrices chez les myrtacées et les rutacées et les canaux sécréteurs chez les opiacées ou les astéracées (Bruneton, 1993).

### **2.3 Rôle des huiles essentielles :**

Les huiles essentielles sont volatiles et parfumées. Ces propriétés joueront un rôle dans la communication chimique. Ils ont également une variété de propriétés thérapeutiques, car ils peuvent représenter des mesures de protection contre les prédateurs.

### **2.4 Propriétés physico-chimiques des huiles essentielles :**

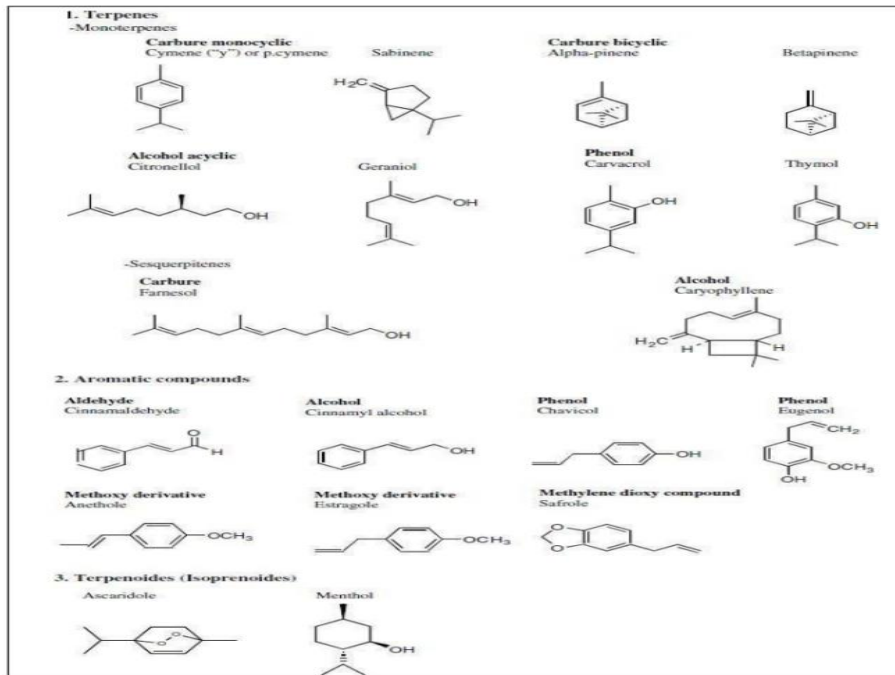
Chaque huile essentielle contient plus de 200 ingrédients actifs tels que l'alcool, les éthers, les terpènes, les acétates, les cétones et les phénols (Festy, 2014).

Les huiles essentielles sont volatiles, rarement colorées et généralement moins denses que l'eau. Ils ont un indice de réfraction élevé, sont solubles dans les solvants organiques courants, sont lipophiles et peuvent être entraînés à la vapeur d'eau (Bruneton, 1993).

### **2.5 Compositions chimiques des huiles essentielles :**

Selon Teisseire (1991), les études de la composition chimique des huiles essentielles montrent que les huiles essentielles sont un mélange complexe et variable de composants qui n'appartiennent qu'à deux groupes caractérisés par des origines biosynthétiques différentes. C'est un composé aromatique dérivé de

terpénoïdes et de phénylpropane. Il existe également des hydrocarbures, des esters, des lactones, des aldéhydes, des alcools, des acides, des cétones, des phénols et des oxydes.....etc. (Fig.5).



**Figure5 : Structure chimique de quelques composés des huiles essentielles (Bakkali et al., 2008).**

## 2.6 Méthodes d'extraction des huiles essentielles

Différentes méthodes sont utilisées pour obtenir l'essence des plantes. En général, le choix de la méthode d'extraction dépend de la nature du matériel végétal (graine, feuille) à traiter et de la nature du composé. Rendement en huile à haute température et vulnérabilité de certains composants de l'huile. Les principales méthodes d'extraction sont les suivantes :

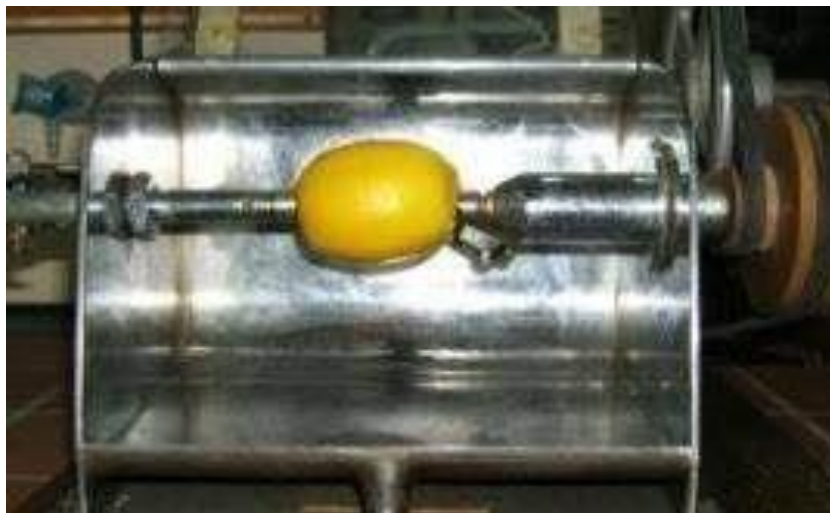
### **2.6.1 Extraction par solvant :**

C'est une technique qui utilise des solvants tels que l'hexane, le toluène ou les dérivés chlorés pour extraire l'huile essentielle, le solvant est ensuite éliminé par distillation.

Cette technique ne doit pas être employée si l'huile essentielle préparée est à usage thérapeutique, car il pourrait y rester traces de solvant. C'est une technique utilisée dans l'industrie des parfums (BEYOULD SI SAID, 2014).

### **2.6.2 Extraction par pression à froid des huiles essentielles :**

Le pressage à froid est couramment utilisé pour extraire les huiles et les graisses. Le principe est de détruire mécaniquement Décanter ou centrifuger. D'autres machines rompent les poches par dépression et recueillent directement l'huile essentielle, ce qui évite les dégradations liées à l'action de l'eau (CHARENTREAU et al., 2003) (Fig. 6)



**Figure 6: Dispositif de l'expression à froid (CHENNI, 2016).**

### 2.6.3 Entraînement à la vapeur d'eau :

L'entraînement à la vapeur d'eau est une variante plus récente de distillation, dans laquelle il n'y a pas de contact direct entre la matière végétale et l'eau (fig.7). La vapeur dans lequel se trouve la plante. La vapeur remonte dans l'alambic et traverse la plante.

La vapeur d'eau chargée ainsi d'essence retourne à l'état liquide par condensation. L'eau est produite dans une chaudière séparée, puis injectée à la base de l'alambic produit de la distillation se sépare donc en deux phases distinctes : l'huile et l'eau condensée que l'on appelle eau florale ou hydrolysat (LUCCHESI, 2003)

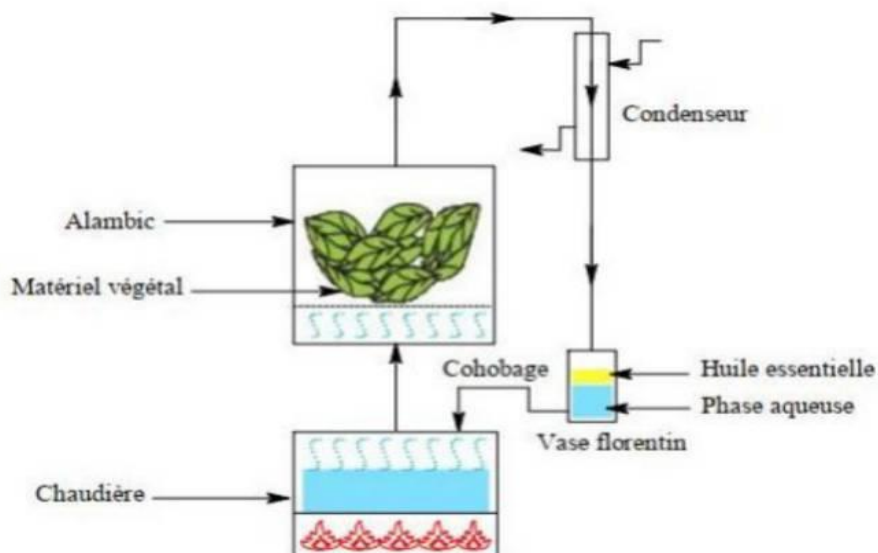


Figure 7 : Dispositif d'entraînement à la vapeur d'eau (CHENNI, 2016)

## 2.6.4 Hydrodistillation :

Selon (Bruneton, 1999). L'hydrodistillation consiste à immerger la matière végétale à traiter (non endommagée ou éventuellement broyée) directement dans un alambic rempli d'eau puis à la faire bouillir. Les vapeurs non uniformes se condensent sur les surfaces froides et les huiles essentielles se séparent en raison de densités différentes. Les inconvénients de cette méthode sont : Calcination de matières végétales. Cela modifie la composition et la chimie des huiles essentielles (Abou Zeid, 2000). Absence de contrôle de la température des récipients contenant des mélanges (eau + parties de plantes) et modifications de l'odeur, de la couleur et de la composition des huiles essentielles lors de la distillation (Chalchat et al., 1997).

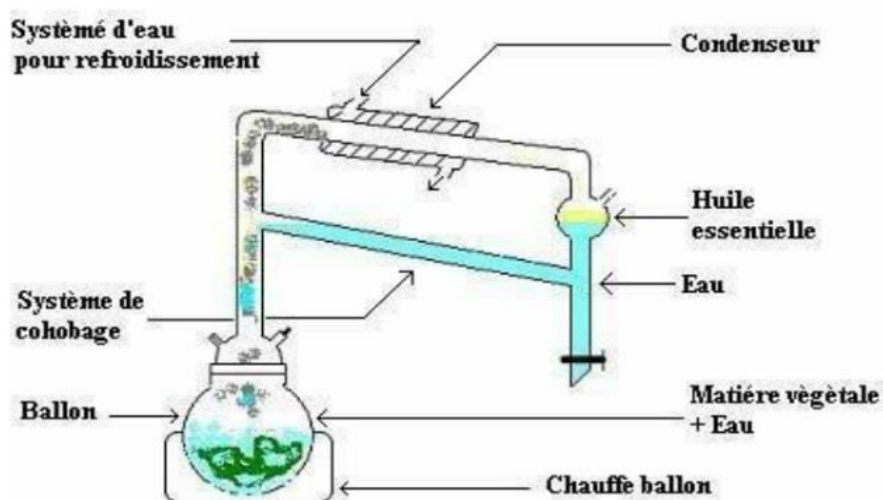


Figure 8 : Appareillage utilisé pour l'hydrodistillation de l'huile (Hernandez Ochoa,2005)

## 2.7 UTILISATION DES HUILES ESSENTIELLES

Les industries de la parfumerie, des arômes et de la cosmétique sont les principales consommatrices d'huiles essentielles. Ce sont en effet les produits de base utilisés pour ajouter des odeurs, en raison de leur forte volatilité et du fait qu'elles ne laissent pas de trace grasse. Dans l'agro-alimentaire, on utilise aussi des HE pour incorporer aux aliments des saveurs.

## 3 Présentation de l'insecte *Tribolium castaneum*

### 3.1 Position systématique :

Selon Lepesme (1944), le tribolium se classe comme suite (Tableau 2)

**Tableau 1** : position systématique du *Tribolium castaneum*

Embranchement	Arthropoda
Classe	Insecta
Ordre	Coleoptera
Sous ordre	Polyphaga
Famille	Tenebrionidae
Sous famille	Ulominae
Genre	<i>Tribolium</i>
Espèce	<i>Tribolium castaneum</i>

### 3.2 Description :

*Tribolium confusum* (Duval, 1868) est un petit coléoptère brun rougeâtre de 3,5 mm de long. Son corps est lisse et allongé (BRICH, 1953). La dernière partie des antennes s'élargit progressivement sans former de massue distincte ; l'œil est

surmonté d'une crête ronde et plus petite que le *tribolium castaneum*. Herbes ; pas plus de deux facettes de largeur dans sa partie la plus étroite. Les deux premiers mésothéliums des élytres sont plats, tout au plus à la pointe (Alex et Maurice, 1993).

Les larves ressemblant à des vers atteignent 6 mm de long lorsqu'elles sont complètement développées.

Il se caractérise par deux courts épis à l'extrémité de l'abdomen (Brich, 1953). Il ne diffère de *tribolium castaneum* que par la pilosité labiale, qui est régulièrement répartie sur toute la surface (Alex et Maurice, 1993)

### **3.3 Biologie du développement :**

Lorsque l'humidité relative dépasse 30%, le *tribolium confusum* Duval peut se développer entre 20°C et 37°C.

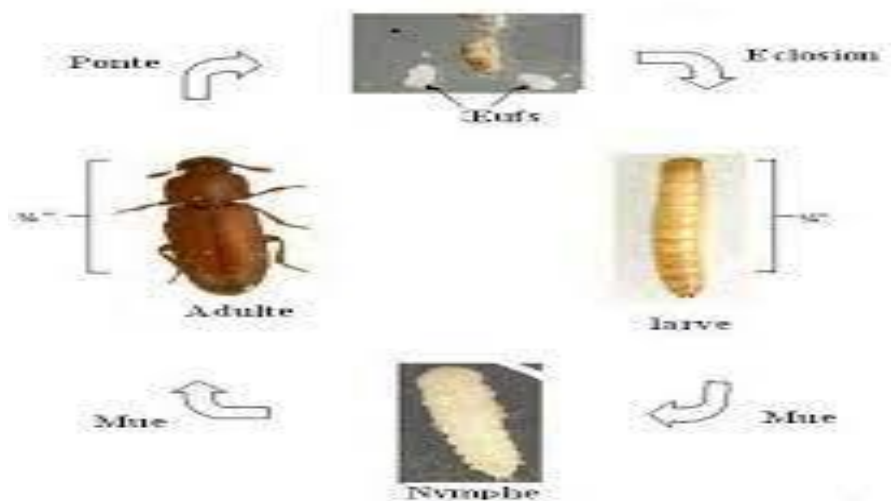
Les œufs sont pondus en grand nombre et sont difficiles à repérer, une femelle pondant entre 500 et 1 000 œufs au cours de sa vie.

Les larves passent par 5 à 12 stades, selon les conditions de température et d'humidité. L'émergence des adultes se produit six jours après la nymphose. La durée du cycle est de 24 à 26 jours à 32°C et 70% d'humidité relative

*Tribolium confusum* Duval est une espèce dont l'optimum thermique est compris entre 32°C et 35°C, son développement s'arrête au-dessus de 22°C, et il résiste à une faible humidité.

En l'absence de nourriture, le *tribolium confusum* Duval est cannibale, dévorant les œufs et les larves de sa propre espèce.

D'ici 28 jours, dans des conditions optimales, la population du châtaignier de la vallée rouge sera multipliée par 70, et la population du voleur de grain rouge sera multipliée par 60



**Figure 9 : Différents états de développement du *Tribolium confusum* (Duval , 1968) A : œuf (Robecca et al, 2003) ; B : larve ; C : nymphe ; D : adulte (Walter,2002)**

### **3.4. Comportement :**

Le *Tribolium* brun de la farine est un insecte qui se déplace rapidement lorsqu'il est dérangé, mais qui ne vole pas. Sa petite taille et ses pièces buccales broyeuses lui permettent de pénétrer dans les contenants et emballages fermés. Les adultes et les larves se nourrissent de farine de céréales ; ils ne peuvent pas pénétrer dans les graines non broyées.

### **3.5. Dommages causés par le *Tribolium* :**

Les coléoptères peuvent causer de très graves dommages en mangeant de la nourriture, mais ils peuvent aussi contaminer cette nourriture avec leurs excréments, leurs odeurs, leurs tissus de soie, leurs carcasses et leur mue. De plus, l'humidité générée par le métabolisme de leurs extraits et excréments azotés



favorise l'apparition de moisissures dans les aires de stockage (Mebarkia et Geuchi, 2006) (Fig10).



**Figure 10 :Dégâts du *Tribolium confusum* sur la farine commercial (Anonyme, 2010).**

## ***CHAPITRE2 : Matériel et Méthodes***

---

### **1. Objectif :**

L'utilisation des huiles essentielles comme insecticide est devenu une piste d'avenir, à intérêt scientifique important. Pour la majorité des travaux réalisés en Algérie, ces huiles essentielles sont utilisées tel qu'elles, en forme liquide, dans la lutte contre les ravageurs des denrées stockées. Ces huiles essentielles posent des problèmes de rémanence et de conservation, de part leur volatilité et leur instabilité. Dans notre étude, on va essayer de pallier à ces problèmes, en réalisant des essais de formulations poudreuses à base d'huiles essentielles, pour ensuite étudier leur effet biologique sur les ravageurs des denrées stockées, et particulièrement le *Tribolium castaneum*.

L'étude a été menée durant depuis le moine d'avril-juillet.

Les essais ont eu lieu au niveau de laboratoire de recherche de biotechnologie et de le laboratoire de phytopharmacie lié au département de biotéchnologie, université de Blida 1.

### **2. Matériel biologique :**

#### **2.1. Matériel entomologique :**

Un élevage de masse de *Tribolium castaneum* sur farine commerciale a été réalisé au laboratoire de phytopharmacie du département des Sciences Agronomiques, Université SAAD DAHLAB de BLIDA, dans des boites perforées et dans une étuve réglée à une température de 30°C et humidité relative de 70%.

## **2.2. Matériel végétale :**

La plante utilisée pour l'extraction d'huile essentielle (*pinus pinea.L*) a été prélevée de l'université Blida 1 dans 17-18 avril, environs 15kg de cônes ont été récoltés on fait l'objet de l'extraction.

## **2.3. Formulation solide à base d'H.E :**

L'huile essentielle a été tastée durant notre étude. Elle est issue de plante appartient à la famille botanique pinaceae(pin pignon). Le traitement utilisé est de biopesticide à base d'H.E de pin pignon et de, formulée sur un support inerte de texture poudreuse à largage graduel dans le temps. Cette formulation a été préparée par Mr DJAZOULIZ., du laboratoire de recherche appliquée du département des Sciences Agronomiques, Université SAAD DAHLAB de BLIDA. La Formulation sur support solide à base d'huiles essentielles de pin pignon a été préparée à 7% de principe actif.

## **3. Test biologique :**

### **3.1. Mode expérimental :**

A partir du matériel biologique arrêté, nous avons essayé d'étudier l'impact des formulations solides d'H.E pin pignon à différentes doses sur les populations de *Tribolium castaneum*. Trois doses de formulation solide ont été arrêtées

**D1= 1g.F.S.H.E/20g de farine**

**D2= 3g.F.S.H.E/20g de farine**

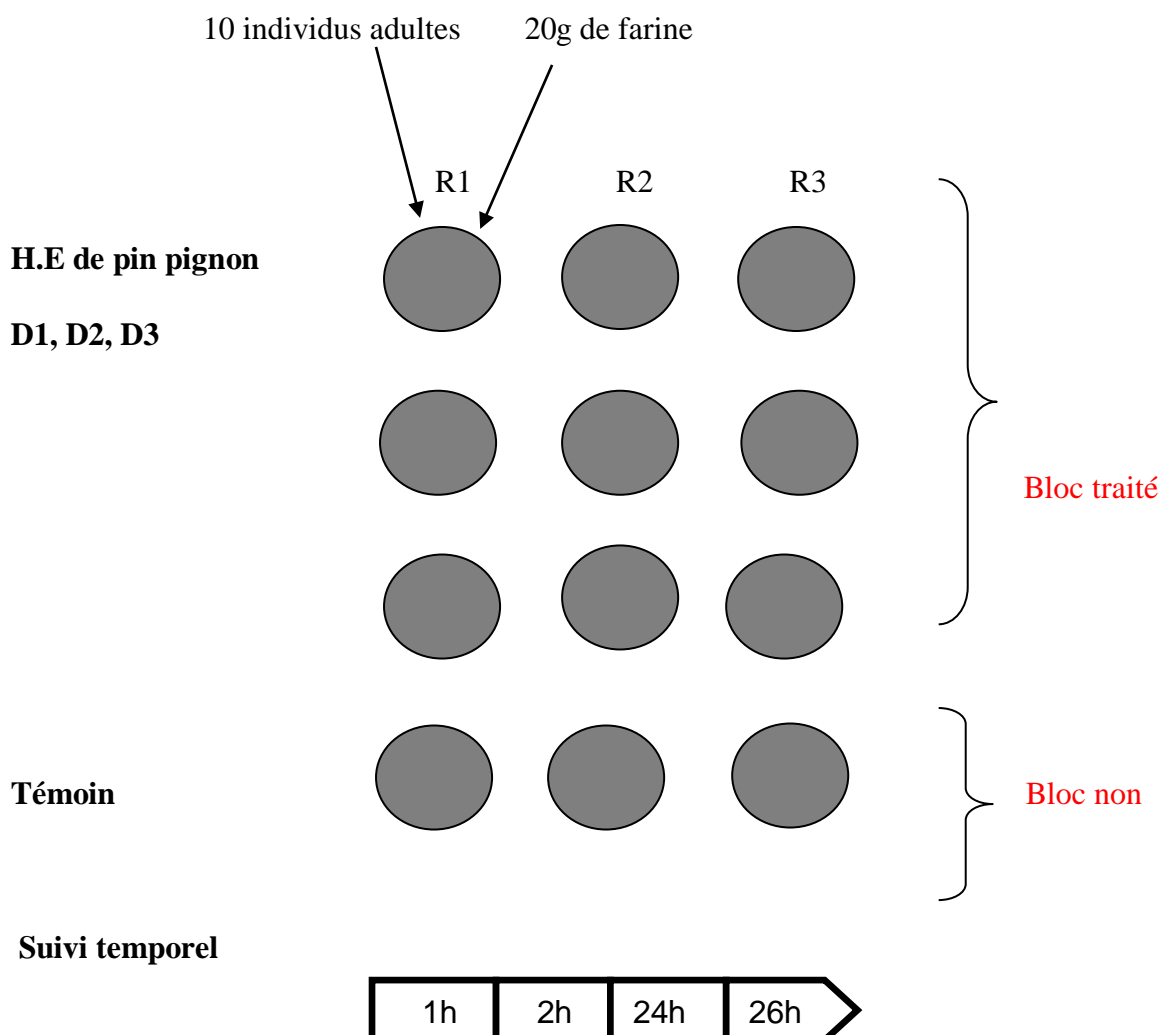
**D3= 4g.F.S.H.E/20g de farine**

### 3.2. Dispositif expérimental

Nous introduisons dans des boites de pétri, de 10cm de diamètre et 2cm de hauteur, 20g de farine commerciale. On ajoute a cette farine de la poudre aromatisée avec de l'H. E de cônes de pin pignon, à différentes doses (1, 3 et 4g.). Après avoir mélangé la poudre à base d'H.E et la farine, 10 Individus de *Tribolium castaneum* sont introduits dans les boites de pétri, ces dernières sont laissées à température ambiante du laboratoire. Trois répétitions ont été réalisées pour chaque dose.

Parallèlement, on réalise un échantillon témoin, dans lequel on met juste 20g de farine et 10 individus de *Tribolium castaneum*. Toutes les boites de pétri sont refermées et scellées à l'aide de para film.

Les individus morts sont dénombrés dans chaque boite de pétri d'une façon régulière 1, 2, 24 et 26h après le début des essais.



**Figure 11 : Dispositif expérimental de traitement appliqué**

#### **4. Estimation du taux de mortalité de *Tribolium castaneum***

Selon Marmonier et al (2006), le taux de mortalité est le taux de disparition d'individus dans des conditions d'environnement données (varie en fonction de la population considérée et des facteurs du milieu). Il est donné par la diminution de la population par mortalité/ variation du temps.

$$n = \frac{\Delta N}{\Delta t}$$

avec :

$\Delta N$  : augmentation de la population par les naissances

$\Delta t$  : variation du temps

#### **5. Estimation de la mortalité corrigée**

L'efficacité d'un produit est évaluée par la mortalité. Le nombre d'individus dénombrés morts dans une population traitée par un toxique n'est pas le nombre réel d'individus tué par ce toxique.

Il existe, en fait dans toute population traitée une mortalité naturelle qui vient s'ajouter à la mortalité provoquée par ce toxique, les pourcentages de mortalité doivent être corrigés par la formule d'ABBOTT(1925).

$$\text{MC}\% = \frac{(M - M_t * 100)}{(100 - M_t)}$$

Avec :

MC: la mortalité corrigée

M: pourcentage de morts dans la population traitée

Mt: pourcentage de morts dans la population témoin

## 6. Evaluation des populations résiduelles

L'évaluation de la toxicité de l'huile essentielle et de l'insecticide de synthèse a été réalisée par l'estimation des populations résiduelles (P.R.) selon le TEST de DUNNETT.

$$PR = \frac{\text{Nb de formes mobiles (NFM) par traitement} \times 100}{\text{Nb de formes mobiles par témoin (eau)}}$$

Le Test estime la toxicité des matières active selon les valeurs des P.R. P.R. <30% molécule toxique, 30% <P.R.< 60% molécule moyennement toxique et P.R.> 60% molécule faiblement toxique ou neutre.

## 7. Analyse statistique des résultats

L'analyse statistique a concerné l'impact des différentes doses de la formulation solide à base de l'huile essentielle du pin pignon sur la mortalité des populations adultes de *Tribolium castaneum*. Les analyses de la variance sont faites sur des moyennes homogènes adoptées sur la base d'un coefficient de variance (C.V.<15%). La signification des comparaisons des moyennes a été confirmée par un test de comparaison par paire (Test Tukey). Les contributions significatives retenues sont au seuil d'une probabilité de 5%, les calculs ont été déroulés par le logiciel Past version 3.2 (Hammer, 2001).

## Chapitre 3 : Résultats

---

Dans cette partie, nous allons grouper tous les résultats correspondants à l'effet de la formulation solide à base d'huile essentielle du pin pignon sur le taux de mortalité des individus adultes de *Tribolium castaneum*.

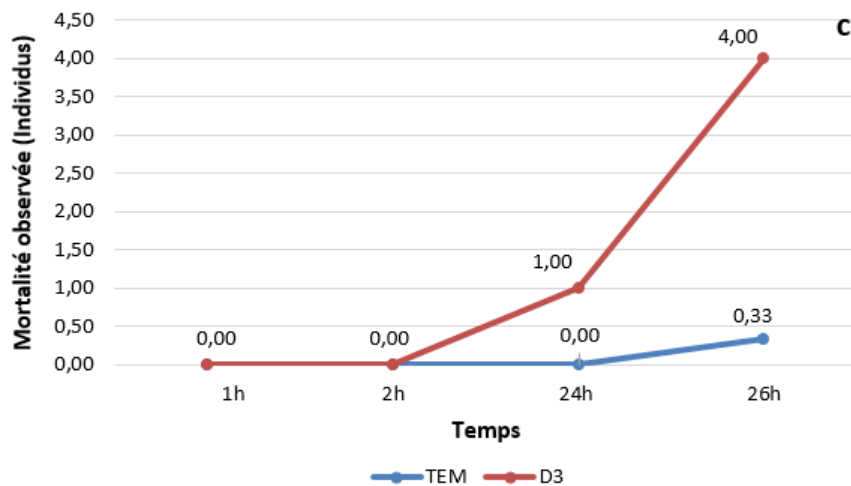
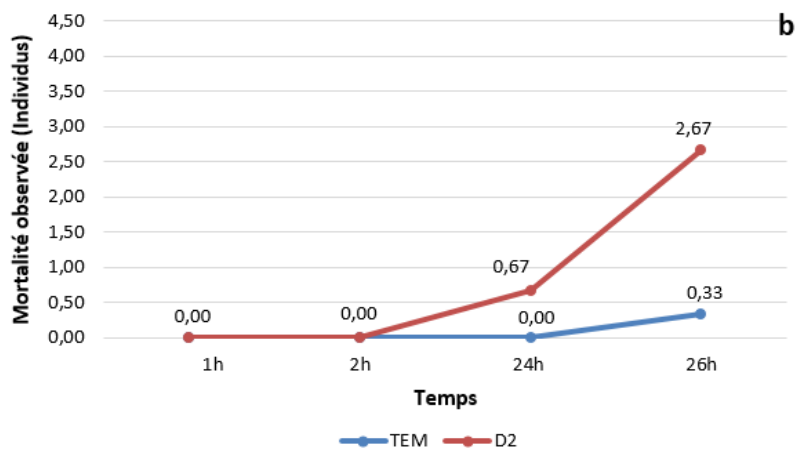
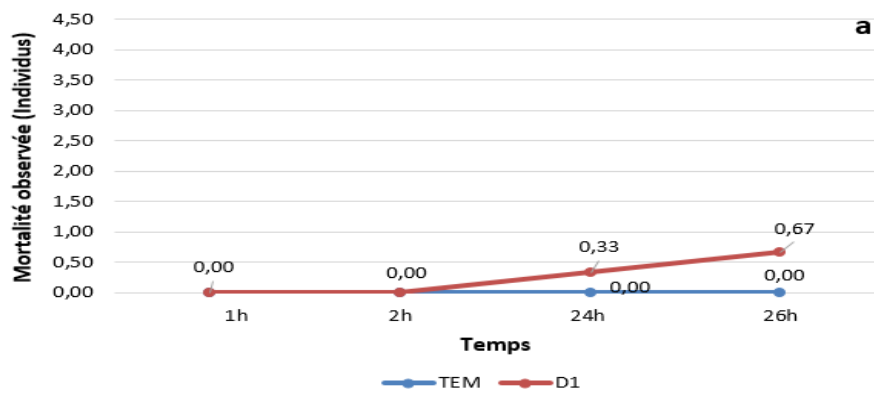
### 1. Estimation de la mortalité observée

Selon la figure 12, on enregistre une mortalité des individus adultes par rapport au témoin à partir de 24h, et ce pour tout les doses testées.

Dans la figure 12a, l'efficacité de la formulation solide à base d'H.E du pin pignon apparait au bout de 24h pour la dose D1 (1g), Cette efficacité s'accroît au fur et à mesure dans le temps, pour atteindre 0,67 après 26h.

Pour la figure 12b, l'application de la formulation solide à base d'huile essentielle du pin pignon à la dose D2 (3g), provoque une mortalité temporelle assez importante par comparaison à l'effet de la D1. Chez le témoin on registre une mortalité naturelle très faible après 26h.

D'après la figure 12c, l'application de la formulation solide à base d'huile essentielle du pin pignon à la dose D3 (4 g), a occasionné un taux de mortalité important pour la forte dose à partir de 24h, Elle est identique à l'effet des doses D1 et D2, mais avec une mortalité assez élevée.



**Figure 12 : Variation temporelle de la mortalité observée sous l'effet des différentes doses du bioproduit à base de l'huile essentielle du pin pignon**



D1=1g HE/20g.de farine, D2=3g HE/20g.de farine, D3=4g HE/20g.de farine.

## 2. Estimation de la mortalité corrigée

La présentation graphique obtenue après la correction de la mortalité naturelle fait ressortir une variation temporelle assez importante de la fluctuation des individus adultes de *T. castaneum*. Les taux enregistrés sont très dépendant de la dose de la formulation d'huile essentielle du pin pignon qui est mise en œuvre. Les graphiques affichent une toxicité assez marquée avec la gradation de la concentration de la formulation à base d'huile essentielle dans le substrat de la farine.

L'application de la D1, montre une efficacité plus ou moins importante de la formulation solide à base d'huile essentielle du pin pignon à partir de 24h, qui affiche un taux de mortalité de 6,67% dès 26h. Cependant, l'application de la D2, sur le même palier temporel, le taux de mortalité corrigée enregistre une augmentation qui atteint 24,14% dès 26h d'exposition des adultes de *T. castaneum* au bioproduit. Enfin, l'apport de la D3, provoque une forte mortalité des individus à partir de 24h (10%), pour atteindre une mortalité de 37,93% dès 26 h d'exposition des individus au bioproduit.

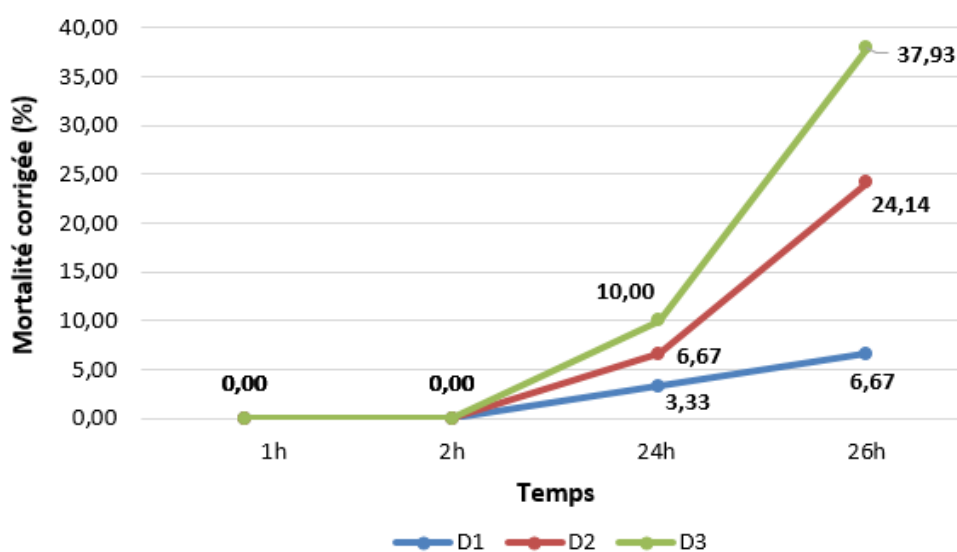
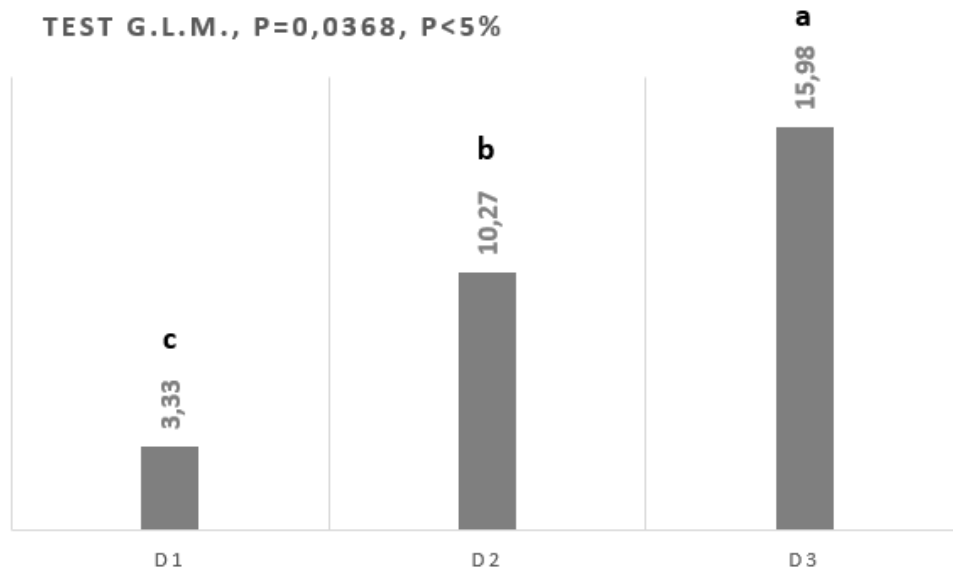


Figure 13 : Variation temporelle de la mortalité corrigée sous l'effet des différentes doses du bioproduit à base de l'huile essentielle du pin pignon.

D1 =1g HE/20g.de farine, D2=3g HE/20g.de farine, D3=4g HE/20g.de farine.

Nous avons utilisées le modèle analyse de la variance G.L.M. suivi par le test de comparaison multiple (Test du Tukey), de manière à étudier la variation quantitative de la mortalité corrigée des adultes de *T. castaneum* sous l'effet des différentes doses de la formulation solide à base de l'huile essentielle du pin pignon.

Les résultats relatifs à la mortalité corrigée des adultes de *T. castaneum* sont consignés dans la figure 14. Cette dernière affiche la présence d'une différence significative de l'effet dose sur le paramètre de mortalité ( $p=0,0368$ ,  $p<5\%$ ). La D3, affiche la mortalité la plus importante de la formulation solide à base d'huile essentielle du pin pignon (groupe homogène a), la D2 de la formulation testée seconde la D3 dans l'effet de mortalité (groupe homogène b), enfin la D1, vient en dernière position concernant la mortalité (groupe homogène c).



**Figure 14 : Effet comparé de la mortalité corrigée sous l'effet des différentes doses du bioproduit à base de l'huile essentielle du pin pignon.**

D1=1g HE/20g.de farine, D2=3g HE/20g.de farine, D3=4g HE/20g.de farine.

### 3. Estimation de la toxicité du bioproduit

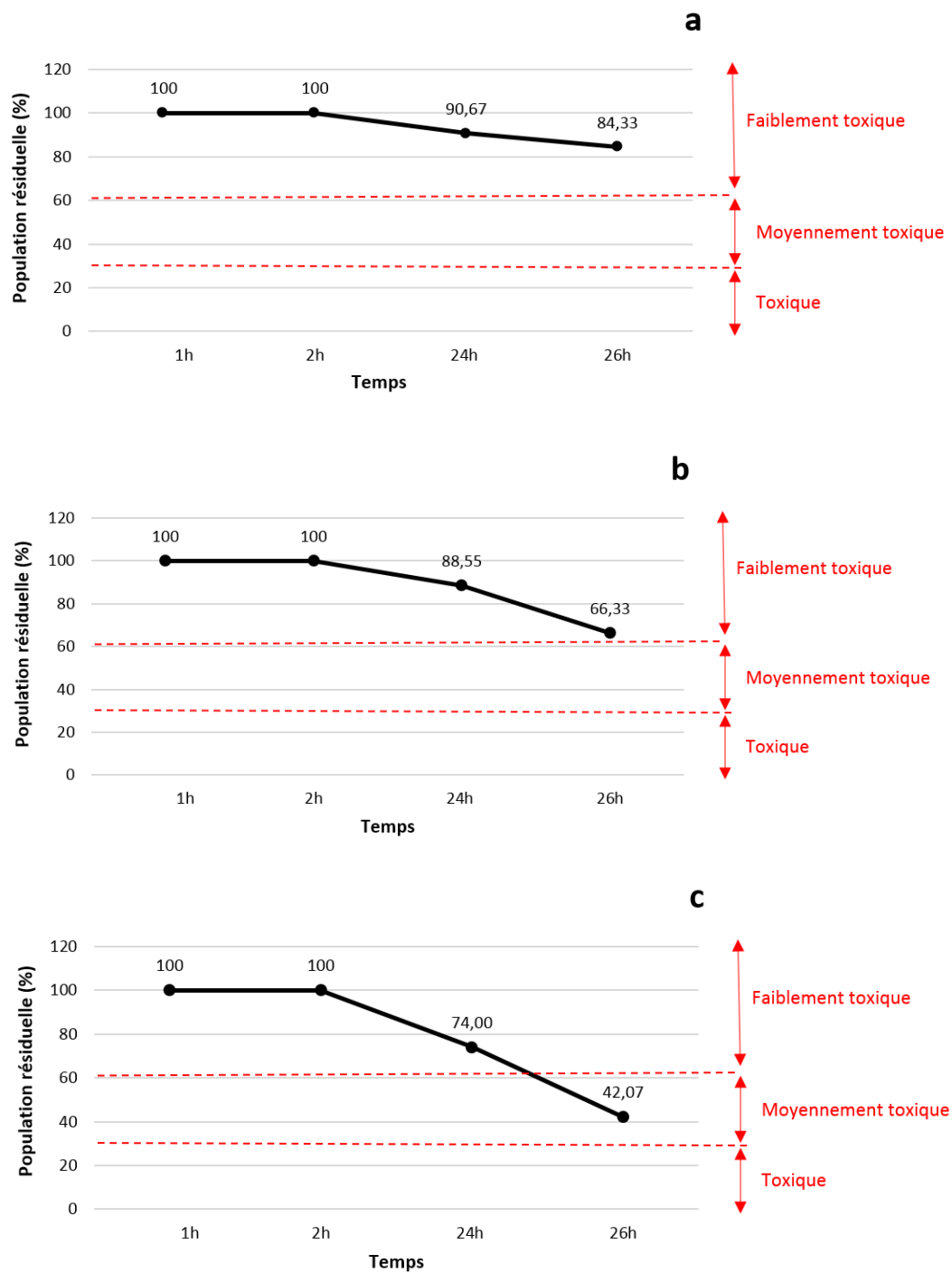
La figure 15, montre que l'ensemble des doses de la formulation solide à base d'huile essentielle du pin pignon exercent une action toxique sur les populations résiduelles de *T. castaneum*, avec une dissemblance très hautement significative ( $p=0,000$ ;  $p<0,001$ ).

Le modèle linéaire expose que la D3 donne la meilleure toxicité (Fig.15c), tandis que la D1 provoque la plus faible toxicité à l'égard des populations de *T. castaneum*(Fig.15a), cependant la D2se rapproche de l'effet toxique de la D3 (Fig.15b).

Selon le test de DUNNET, l'évolution temporelle des populations résiduelles de *T. castaneum* simultanément sous l'effet des différentes doses de la formulation solide de l'huile essentielle du pin pignon, nous constatons que la D1, montre une faible toxicité ( $PR>60\%$ ) jusqu'à 26 h d'exposition (Fig.15a).

Concernant la D2, elle exprime une toxicité progressive apparente. Elle se rapproche du statut moyennement toxique ( $PR=60\%$ ) dès 26 h d'exposition (Fig.15b).

En revanche, la D3,elle est considérée moyennement toxique à partir de 24 h, et elle se rapproche du statut toxique ( $30\%<PR<60\%$ ) dès 26 h d'exposition (Fig.15c).



**Figure 15 : Variation temporelle des populations résiduelles sous l'effet des différentes doses du bioproduit à base de l'huile essentielle du pin pignon.**

D1=1g HE/20g.de farine, D2=3g HE/20g.de farine, D3=4g HE/20g.de farine.

# Discussion générale

Plusieurs travaux scientifiques relatifs à l'action insecticide des huiles essentielles ont été réalisés, dans ces travaux, les huiles essentielles ont été utilisées à l'état brut, ce qui pose un problème de stabilité et de conservation à cause de leur volatilité. L'activité des huiles essentielle diminue au cours du temps à cause de la volatilité des composés terpéniques (Ngamoet *al.*, 2007b). Ndomo *etal.*, (2009), dans leur étude estime que vu la volatilité des composés des huiles essentielles, elles peuvent disparaître avant d'agir sur les bio-organismes cibles, c'est pourquoi, il est impératif de rechercher des méthodes de stabilisation des huiles essentielles. La formulation solide est l'une des méthodes de stabilisation des huiles essentielles.

Nos travaux vont dans le même sens que ceux de nombreux scientifiques ayant mis en exergue l'effet toxique de formulation solide à base d'huiles essentielles extraites de plantes aromatiques, ainsi Nguemtchouin *et al.* (2010), ont étudié l'activité insecticide de l'argile et l'huile essentielle de *Xylopiya aethiopica* et a démontré l'augmentation de la persistance de la toxicité de l'huile essentielle et de sa stabilité suite à la formulation. Keita *etal.*, 2001, ont montré également que l'application des poudres d'argile purifiées aromatisées par l'huile essentielle d'*Ocimum basilicum* avait des effets significatifs sur l'émergence des bruches adultes du niébé.

Notre étude nous a permis de mettre en évidence la bioactivité de huile essentielle en formulation solide de plante sur un insecte ravageur des céréales stockées économiquement important en Algérie. Les résultats obtenus sont satisfaisants, nos formulation solides à base d'huiles essentielles ont provoqué la mortalité des individus de *T.castaneum*, cette toxicité varie en fonction de la dose, du temps et du traitement appliqué.

## 1. Effet comparé des huiles essentielles

La formulation solide à base d'H.E des cônes de pin pignon, a montré une toxicité temporelle plus ou moins similaires, l'application réalisée a enregistré une efficacité le long du suivi dès les premières 24h, un effet toxique sur l'insecte a été enregistré, ce dernier s'est accentué au bout de 26h.

Toutes les concentrations testées ont montré une activité insecticide, cette activité est plus marquée avec les doses D1 (1g de formulation/20g de farine) et la dose D2 (3g de formulation/20g de farine), la dose D3(4g de formulation/20g de farine) s'est révélée efficace avec la formulation solide à base de huile essentielle des cônes de pin pignon, car on enregistre un taux de mortalité important avec cette dose à partir de 24h.

Au regard de ces résultats, on dira que la différence de toxicité peut être expliqué par la différence de la composition en chémotypes de chaque huile essentielle, sachant que les molécules à intérêts contenues dans le végétal sont des sources potentielles d'insecticides.

L'hypothèse avancée rejoint de nombreux travaux qui sont réalisés dans ce sens, ainsi Isikber et *al.* (2006), Zahout(2011), Zoubiri et Baaliouameur(2011) et Menaceur(2011), ont démontré dans leur étude l'effet insecticide de l'H.E de Romarinsur les insectes ravageurs des denrées stockées.

Isikber et *al.* (2006), estime que 1,8-cineole est le composant major du Romarin et du Laurier, d'après son étude, les vapeurs de romarin sont toxiques contre *Tribolium confusum* et même plus toxique que le Laurier concernant les adultes et les larves de *Tribolium confusum*. Napoli et *al.* (2010a) et Zoubiri et Baaliouameur (2011), confirment le résultat concernant le 1,8-cineole.

D'après Regnault-Roger et Hamraoui (1995), Obeng-Oforiet *al*(1997) et Prates *et al.* (1998), les monoterpènes oxygénés tel que 1,8-cineole ont des propriétés insecticides démontrées contre *T.confusum*.

Tapondjou *et al.*,(2005),ont mis en exergue l'activité insecticide des H.E du Cyprès et de l'*Eucalyptus* vis-à-vis de *Sitophiluszeamais* et *T.confusum*, selon eux les cinq principaux constituants de cette H.E sont alpha-pinène, sabinene et terpinene, et d'autre part l'activité insecticide des monoterpènes hydrocarbonés a été démontrée par Ojimelukwe *et al.*,(1999) et Kouninki *et al.* (2007).

Bensaid (2006), a obtenu des résultats satisfaisants concernant l'effet de H.E de Cyprès sur la teigne de la pomme de terre stockée. Selon Duke 1998 *in* Akrou(2004),l'alpha pinène est le composant major de *Juniperus phoenicia* de Matmata et il présente plusieurs activités biologiques.

## *Conclusion générale*

---

Les ravageurs constituent généralement une menace pour les cultures et le contrôle avec des pesticides chimiques présente de nombreux inconvénients. En tant que tel, de nombreuses recherches se sont concentrées sur la recherche de biocides à base de plantes pour réduire et prévenir ces dommages.

Au terme de cette étude, nous avons tenté de renforcer l'effet insecticide des formulations en poudre à base d'huiles essentielles des cônes de pin pignon à différentes doses contre *Tribolium castaneum*.

Les résultats obtenus ont montré que la formulation solide présente une toxicité pour les adultes de *Tribolium castaneum* car elle provoque la mortalité et ce pour les trois doses.

La formulation à base d'huile essentielle des cônes de pin pignon s'est montrée très efficace contre *Tribolium castaneum*, et un taux de mortalité très élevé a été rapporté avec une faible dose de D1 après 24h, ce qui nous amène à dire que plus la dose et le temps sont élevés, plus le nombre de décès de *Tribolium castaneum* est élevé.

D'après les résultats obtenus à l'issue de cette étude, l'huile essentielle des cônes de pin pignon peut certainement être utilisée comme base de lutte biologique.



## Références bibliographiques

- **A.L. Tapondjou, C. Adlerb, D.A. Fontemc, H. Boudaa, C. Reichmuth, (2005).** Bioactivities of cymol and essential oils of *Cupressus sempervirens* and *Eucalyptus saligna* against *Sitophilus zeamais* and *Tribolium confusum* du Val, *Journal of Stored Products Research*, 41, 91–102
- **Adili, B., 2012.** Croissance, fructification et régénération naturelle des peuplements artificiels de Pin pignon (*Pinus pinea* L.) au nord de la Tunisie. Université Blaise Pascal-Clermont- Ferrand II, p. 177.
- **Agnès Flore Ndomo, A.L. Tapondjou, F. Tendonkeng, Félicité Mbiopo Tchouanguép, (2009).** Evaluation des propriétés insecticides des feuilles de *Callistemon viminalis* (Myrtaceae) contre les adultes d'*Acanthoscelides obtectus* (Say) (Coleoptera; Bruchidae). *TROPICULTURA*, 27, 3, 137-143.
- **Akrout A. (2004).** Etude des huiles essentielles de quelques plantes pastorales de la région de Matmata, (Tu n i s i e). In: Ferchichi A. (comp.), Ferchichi A. (collab.). Réhabilitation des pâturages et des parcours en milieux méditerranéens. Zaragoza : CIHEAM. p. 289 -292 (Cahiers Option Méditerranéenne.n. 62).
- **ANONYME, 2010 :** google 2010.
- **Bakkali F., Averbeck S., Averbeck D. et Idaomar M. (2008) –** Biologicaeffects of
- **BEKHCHI, C. ABDELOUAHID, D., 2014.** Les huiles essentielles. Office des publications universitaires p 55.
- **BEY-OULD SI SAID, Z., 2014.** Activités biologiques des huiles essentielles des feuilles et du fruit d'une plante médicinale *Eucalyptus globulus*. Thèse de Magister. Université du Bedjaia. Algérie.
- **BRICH C., 1953-** Experimental background to study of distribution and abundance of insect. *Ecol.*, 34,4 : 698-711.
- **Bruneton J. (1999)-** Pharmacognosie, Photochimie -Plantes médicinales. 3 émeéd, Tec et Doc.Lavoisier, Paris. pp 484-540,555-558.

- **Bruneton J. 1993.** Pahrmacognosie, phytochimie, plantes médicinales. Deuxième édition, techniques et documentation, Lavoisier, Paris : 915.
- **Calama, R., Montero, G., 2003.** Inter-regional variability in site index models for even- aged stands of stone pine (*Pinus pinéa* L.) in Spain. *Annals of Forest Science* 60 : 259- 269
- **CHARENTREAU, A. JOULAIN, D, MARIN C, SCHMIDT, CO, VEY M., 2003.**
- **Chakou M. et Bassou K. (2007)** : Efficacité antibactériennes et antifongiques des huiles essentielles obtenus par extraction de la menthe verte *Mentha Spicata* L. issue de la région de Ouargla sur quelques germes pathogènes : *E.coli* , *Pseudomonasaeruginosa*, *staphylococcus aureus*, *Bacillus subtilis* et *Candida albicans* . Mémoire de DES microbiologie. Université de Kasdi Merbah Ouargla, 14-27.
- **Chalchat J.K., Carry L. P., Menut C., Lamaty G., Malhuret R. and Chopineau J . (1997)**– Correlation between chemical composition and antimicrobial activity. VI. Activity of some African essential oils. *J. Essent. Oil Res*
- **Charrier, S., 2004.** Le Pin parasol, *Pinus pinéa* Linné, 1753, en Vendée. 4, 45-55
- **CHENNI, M., 2016.** Etude comparative de la composition chimique et de l'activité biologique de l'huile essentielle des feuilles de basilic (*Ocimum basilicum* L.) extrait par hydro distillation et par micro-ondes spécialité : Chimie moléculaire, Analyse, Modélisation, synthèse : Université d'Oran. P 185.  
essential oils – A review *Food and Chemical Toxicology*, 46: 446-475.
- **Fady, B., 2005.** Biodiversité des populations de conifères: existe-t-il une spécificité méditerranéenne? Université Paul Cézanne-Aix-Marseille III.
- **Farnsworth, N.R., Akerele, O., Bingel, A.S., Soejarto, D.D., Guo, Z. (1986).** Places des
- **Festy D. (2014).** Ma bible des huiles essentielles. Edition : Quotidiens Paris, 503p.  
flour beetle (*Tribolium confusum* J.D.C.) (G.L. Tenebrionidea). *Journal of*
- **Fouad Menaceur, (2011)** .Composition chimique et activité biologique des huiles essentielles de *Rosmarinus officinalis* et *Lavandula stoechas*. Mémoire de magister, ENSA, El Harrach, Alger.

- **FRANCINI.E., 1958**-Ecologia comparata di *Pinus halepensis* Mill., *Pinus pinaster* Sol. e *Pinus pinea* L. Sulla base delcomportamentodelgametofitofemminile. *AnnaliAccademialtaliana di Science Forestali*, Firenze.7 :pp.107-173.
- **Hernandez Ochoa L.R. (2005)**. Substitution de solvants et matières actives de synthèse parune combine « solvant/actif » d'origine végétale. Thèse de doctorat,  
<http://www.ciheam.org>
- **Isikber, A.A., Alma, M.H., Kanat, M., Karci, A., (2006)**.Fumigant Toxicity of essential oils from *Laurus nobilis* and *Rosmarinus officinalis* against all life stages of *Tribolium confusum*. *Phytoparasitica*.34, (2), 167–177
- **Kadri, N., 2014**. Graines de pinussp.: cartirisation physico-chimique et activité anticancéreuse., . Université Abderrahmane Mira-Bejaia-, p. 170.
- **Keita, M., Vincent, C., Schmit, J.P, Arnason, T.J., Bélanger, A., (2001)**. Efficacy of essential oil of *Ocimum basilicum* L. and *O. gratissimum* L. applied as an insecticidal fumigant and powder to control *Callosobruchus maculatus* (Fab). (Coleoptera: Bruchidae). *Journal of Stored Products Research*, 37, 339-349.
- **Kouninki H., Hance T., Noudjou F.A., Lognay G., Malaisse F., Ngassoum M.B., Mapongmetsem P.M., Ngamo L.S.T. and Haubruge E., (2007)**.Toxicity of some terpenoids of essential oils of *Xylopi aethiopica* from Cameroon against *Sitophilus zeamais* Motchulsky. *Journal of Applied Entomology*, document online, 8p.
- **L.S.T. Ngamo & Th. Hance, (2009)**. Diversité des ravageurs des denrées et méthodes alternatives de lutte en milieu tropical: *TROPICULTURA*, 25, 4, 215-220.
- **LARDRY J.M. & HABERKOM V. (2007)**. L'Aromathérapie et les huiles synthèse par unecombine « solvant/actif » d'origine végétale. Thèse de doctorat,
- **LEPESME P., 1944**- Les coléoptères des denrées alimentaires et des produits industriels entreposés. ED. P. Le chevalier, Paris : 21-67.  
linalool, terpinol and others phytochemicals for the control of the confused  
**Lognay G. & Hance T. (2007b)**. Current post harvest practices to avoid insects

- **LOULLOU.ZE., 1987**-Analyse des reboisements de Pin pignon dans la région de Mostaganem : Contribution à l'étude dendrométrique. Mém. Ing.Ins. Agro. Alger, 90p
- **LUCCHESI M. E., 2005.** Extraction sans solvant assistée par micro-ondes conception et application à l'extraction des huiles essentielles. Thèse de doctorat. Université de La Réunion, 72p.
- **Marie E.L.,2005.** Extraction Sans Solvant Assistée par Masson. Paris. 340p
- **MEBARKIA A. et GUECHI A., 2006** – protection phytosanitaire contre les ravageurs des céréales stockées. Laboratoire de Microbiologie et de Phytopathologie. Faculté des Sciences, Sétif, 89P.
- **Moussouris, y, Regato, 1999** Forest Harvest : An Overview of Non-Timber Forest Products in the Mediterranean.wwf.25p.
- **Mustapha Zahout, (2011).** Activité insecticide de 5 huiles essentielles vis-à-vis de 3 insectes des denrées stockées *Sitophilus orizae*, *Tribolium confusum* et *Callosobruchus maculatus*. Mémoire d'ingénieur, ENSA, El Harrach, Alger.
- **Nadia fekih (2015).** en vue de l'obtention du diplôme de doctorat es-sciences en chimie,.option : chimie organique appliquée. Propriétés chimiques et biologiques des huiles essentielles de trois espèces du genre PINUS poussant en alger
- **Napoli, E. M., Curcuruto, G., & Ruberto, G. (2010a).** Screening of the essential oil composition of wild Sicilian rosemary. *Biochemical Systematic and Ecology*.38, pp: 659-670.
- **Ngamo T.L.S., Ngassoum M.B., Mapongmetsem P.M., Malaisse F., Haubruge E., Lognay G. Hance T. 2007b)**
- **Nguemtchouin, M.M.G., Ngassoum, M.B., Ngamo Tinkeu, L.S., Gaudu, X., Cretin, M., (2010).**Insecticidal formulation based on *Xylopiya aethiopica* essential oil and kaolinite clay for maize protection. *Crop Protection*, 29, 985-991.
- **Obeng-Ofori, D, Reichmuth, C.H., Bekele, J., Hassanali, A., (1997).** Biological activity of 1, 8 cineole, a major component of essential oil of *Ocimum kenyense* (Ayobangira) against stored product beetles. *Journal of Applied Entomology*, 121, 237–243

- **Ojimelukwe P.C. & Alder C., (1999).** Potential of Zimtaldehyde, 4-allylanisol, Pest Science, 72, 81-86.  
plantes médicinales dans la thérapeutique. Bulletin de l'organisation mondiale de la santé ;64(2): p 159-164.
- **Prates, H.T., Santos, J.P., Waquil, J.M., Fabris, J.D., Oliverta, A.B., Foster, J.E., (1998).** Insecticidal Activity of Monoterpen against *Rhyzopertha dominica* (F) and *Tribolium castaneum* (Herbst). Journal of Stored Products Research, 34 (4), 243-249.  
Quantification of fragrance compound suspected to cause skin réactions. J Agric. Food. Chem. 51 : 398-403.
- **Regnault-Roger, C., Hamraoui, A., (1995).** Fumigant toxic activity and reproductive inhibition induced by monoterpenes on *Acanthoscelides obtectus* (Say) (Coleoptera), a bruchid of kidney bean (*Phaseolus vulgaris* L.). Journal of Stored Products Research, 31, 291–299.
- **ROBECCA G., THOMAS F., ANDREW K., et HUIGRAND J., 2002-** Guide de gestion de la floride d'insectes ravageurs des grains entreposé. Univ. Floride. [http : // edis.ifas.ufl.edu/le 09/06/2010](http://edis.ifas.ufl.edu/le09/06/2010).
- **Rodrigo, A., Quintana, V., Retana, J., 2007.** Fire reduces *Pinus pinea* distribution in the northeastern Iberian Peninsula. *Ecoscience* 14, 23-30
- **Roulier G. (1990).** Les huiles essentielles pour votre santé : traité pratique d'aromathérapie. Propriétés et indications thérapeutiques des essences de plantes. , D'angles.
- **Safia Zoubiri, Aoumeur Baaliouamer, (2011),** Potentiality of plants as source of insecticide principles, Journal of Saudi Chemical Society.
- **Safia Zoubiri, Aoumeur Baaliouamer, (2011).** Chemical composition and insecticidal properties of some aromatic herbs essential oils from Algeria. *Food Chemistry*, 129, pp: 179–182
- **Sbay H et Abrouch M., 2006-** Amélioration de *pinuspinea* au Maroc. Pp :22-28.
- **Schröder K., Khaldi A. & Hasnaoui A., 2014 :** Analyse de la chaîne de valeur « Pignons de pin » en Tunisie, Étude établie par ordre et pour le compte du projet : Adaptation

- **Seigue.A., 1985**-La forêt Circumméditerranéenne. Technique agricole et production méditerranéenne. Edition maison neuve et la rose 15, rue Victor. Cousin Paris (V).485p.
- **Sidali Benazzeddine, (2010)** .Effet insecticide de cinq huiles essentielles vis-à-vis de Sitophilus oryzae et Tribolium confusum. Mémoire d'ingénieur, ENSA EL-Harrach, Alger.
- **Teisseire, P.J. (1991)**. Chimie des substances odorantes. Tec & Doc. Lavoisier. Paris pp:480.
- **Thabeet, A., Denelle, N., El khorchani, A., Thomas, A., Gadbin-henry, C., 2007**.Etude dendroclimatologique de quatre populations de pin pignon en Tunisie. Forêt méditerranéenne 28, 219-228.
- **Waltere, 2002**-pests of stored foodproducts.  
<http://entomology.ucr.edu/ebeling/ebeling>.
- **Wegrzyn R. & Lamendinth H. (2005)**. Huiles essentielles et aromathérapie. Buccodentaire, 1225:62- 66.
- **Zanndouche.O., 2001**-Etude Comparative de la croissance de trois espèces forestières : Pinus pinea L. Pinus pinaster Ait et Pinus canariensis Ch. Switch. Aspect Eco. Dendrométrie. Thèse de magistère. Université. Mouloud Mammeri. Tizi. Ouzou.100p.